



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 2000268340 A

(43) Date of publication of application: 29.09.00

(51) Int. Cl. G11B 5/66
C23C 14/58
G11B 5/85
H01F 10/16
H01F 41/18

(21) Application number: 11066657

(71) Applicant: FUJITSU LTD

(22) Date of filing: 12.03.99

(72) Inventor: SHIMODA KAZUMASA

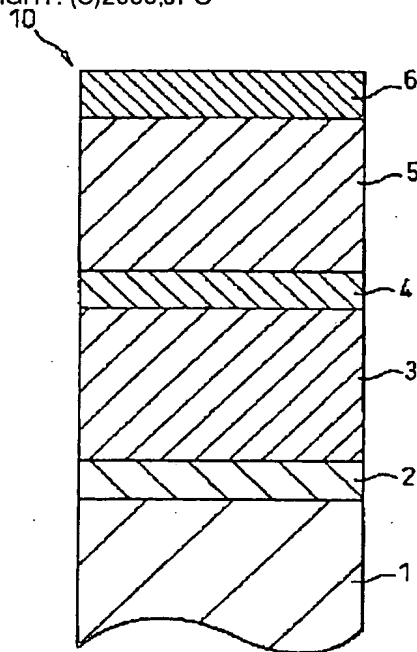
(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS MANUFACTURE

COPYRIGHT: (C)2000,JPO

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a magnetic recording medium which is useful in use especially in an HDD, whose coercive force is high and also whose recording density is high.

SOLUTION: This magnetic recording medium is provided with a nonmagnetic substrate 1, a substrate layer 3 which is formed on the substrate 1 by a sputtering operation and which is composed of an Ni-based nonmagnetic material. The recording medium is provided with a magnetic layer 4 which is formed on the substrate 1 by a sputtering operation and which is composed of a Co-based magnetic alloy. The magnetic layer 4 is constituted of magnetic alloy particles. In addition, the magnetic layer is constituted in such a way that a nonmagnetic metal element having an action to reduce the magnetic interaction between the magnetic alloy particles is diffused to the grain boundary between the magnetic alloy particles.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-268340
(P2000-268340A)

(43) 公開日 平成12年9月29日 (2000.9.29)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト [*] (参考)
G 1 1 B 5/66		G 1 1 B 5/66	4 K 0 2 9
C 2 3 C 14/58		C 2 3 C 14/58	D 5 D 0 0 6
G 1 1 B 5/85		G 1 1 B 5/85	C 5 D 1 1 2
H 0 1 F 10/16		H 0 1 F 10/16	5 E 0 4 9
41/18		41/18	
審査請求 未請求 請求項の数14 O L (全 12 頁)			

(21) 出願番号 特願平11-66657

(22) 出願日 平成11年3月12日 (1999.3.12)

(71) 出願人 000005223

富士通株式会社

神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番
1号

(72) 発明者 下田 一正

神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番
1号 富士通株式会社内

(74) 代理人 100077517

弁理士 石田 敬 (外4名)

最終頁に続く

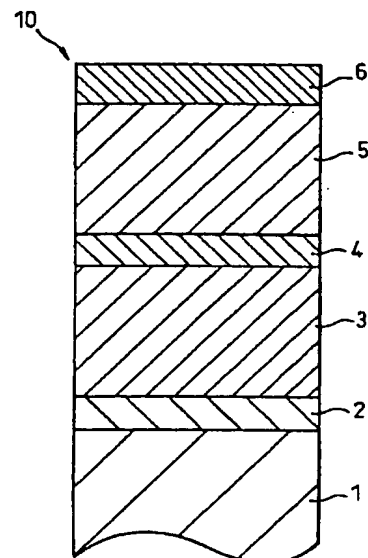
(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 特にHDDにおける使用に有用な、極めて高保磁力であり、高記録密度が可能な磁気記録媒体を提供すること。

【解決手段】 非磁性の基板と、その基板の上に順次、それぞれスパッタリングによって形成された、Ni系非磁性材料からなる下地層及びCo系磁性合金からなる磁性層とを有する磁気記録媒体において、前記磁性層が磁性合金粒子から構成されかつ、それらの磁性粒子の粒界に、磁性粒子間の磁氣的相互作用を低減せしめる作用を有する非磁性金属元素が拡散せしめられているように構成する。

図 5



【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性の基板と、その基板の上に順次、それぞれスパッタリングによって形成された、Ni系非磁性材料からなる下地層及びCo系磁性合金からなる磁性層とを有する磁気記録媒体において、前記磁性層が磁性合金粒子から構成されかつ、それらの磁性粒子の粒界に、磁性粒子間の磁氣的相互作用を低減せしめる作用を有する非磁性金属元素が拡散せしめられていることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 前記非磁性金属元素が、前記磁性層中に含まれる非磁性金属に由来し、前記磁性層の形成後にアニーリングを行うことにより前記磁性粒子の粒界に拡散せしめられたものであることを特徴とする請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項3】 前記非磁性金属元素が、前記磁性層に隣接して配置された非磁性金属からなる金属拡散層から拡散により放出せしめられ、前記磁性粒子の粒界に拡散せしめられたものであることを特徴とする請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 前記金属拡散層が、前記磁性層の直上、中間又はその直下に配置されていることを特徴とする請求項3に記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 前記非磁性金属元素が、前記磁性層及び前記金属拡散層の形成後にアニーリングを行うことにより前記磁性粒子の粒界に拡散せしめられたものであることを特徴とする請求項3又は4に記載の磁気記録媒体。

【請求項6】 前記非磁性金属元素が、Cr、Mo及びCからなる群から選ばれた一員であることを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。

【請求項7】 前記磁性層のCo系磁性合金が、Coを主成分とするCoPt又はCoCrPt合金にSiO₂を添加した合金であることを特徴とする請求項1～6のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。

【請求項8】 前記下地層のNi系非磁性材料が、Niを主成分とするNiP又はNiZr合金であることを特徴とする請求項1～7のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。

【請求項9】 前記非磁性の基板と、前記Ni系非磁性材料からなる下地層との間に、基板と下地層の密着を改善するための密着層をさらに含むことを特徴とする請求項1～8のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。

【請求項10】 前記非磁性の基板が、シリコン基板、カーボン基板、ガラス基板又は結晶化ガラス基板であることを特徴とする請求項1～9のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。

【請求項11】 保磁力が2.0kOe以上であることを特徴とする請求項1～10のいずれか1項に記載の磁気記録媒体。

【請求項12】 非磁性の基板と、その基板の上に順次、それぞれスパッタリングによって形成された、Ni

系非磁性材料からなる下地層及びCo系磁性合金からなる磁性層とを有しかつ、その際、前記磁性層が磁性合金粒子から構成されかつ、それらの磁性粒子の粒界に、磁性粒子間の磁氣的相互作用を低減せしめる作用を有する非磁性金属元素が拡散せしめられている磁気記録媒体を製造するに当たって、

前記磁性層中かもしくは前記磁性層に隣接して配置された金属拡散層中に前記非磁性金属元素に対応する非磁性金属を含ませ、前記磁性層及び、もしも存在するならば、前記金属拡散層の形成後にアニーリングを行うことにより前記非磁性金属元素を前記磁性粒子の粒界に拡散せしめることを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項13】 前記アニーリングを600℃未満の温度で実施することを特徴とする請求項12に記載の製造方法。

【請求項14】 前記各層のスパッタリングによる形成を、それらの層の粒状成長を促進するのに十分な圧力の下で実施することを特徴とする請求項12又は13に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は磁気記録媒体に関し、さらに詳しく述べると、コンピュータのハードディスクドライブ（以下、「HDD」ともいう）に有利に使用することのできる磁気記録媒体に関する。本発明は、また、このような磁気記録媒体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】HDDにおける近年の著しい容量の増大に伴い、それに用いられる磁気記録媒体でも、記録密度の向上、すなわち、高記録密度化の要求が高まっている。従来の磁気記録媒体は、周知のように、非磁性の基板と、その基板の上に形成した磁性材料の薄膜（磁性層）とから構成され、さらに、磁性層の性能がその下地の材料によって悪影響を受けるのを回避するため、通常、非磁性の基板と磁性層との間に下地層を設けるのが一般的である。さらに具体的に説明すると、非磁性の基板の上に、Cr、Ni又はそれらを主成分とする合金の下地層を形成し、この下地層の上にさらにCoを主成分とするCoCrTa、CoCrPt等の合金からなる磁性層を形成した磁気記録媒体が、高記録密度可能なものとして現在用いられている。また、このような記録密度の向上に伴い、記録保持のために保磁力を高めることが求められている。

【0003】磁気記録媒体において、その磁性層の保磁力を高めるためには、その磁性層の膜組織を改良することが必要であり、具体的には、磁性層を構成する隣り合う磁性粒子どうしを分離させる必要がある。この要求を満足させるため、1つの一般的な方法では、CoCr系合金を磁性層に用い、かつその磁性層の成膜時に基板加熱を行うことが行われている。この方法によると、磁性

粒界に非磁性Crを偏析させることで、磁性粒子間を磁気的に分離することができる。例えば、特開平6-96431号公報には、図1にその典型的な層構成を示すように、ガラス、セラミック、カーボン等の非磁性基板51の上に、順次、Cu、Rh、Pd等の金属層52、Cr下地層53、CoCrTa、CoNiCr、CoCrPt等のCo系合金の磁性層54、カーボン(C)等の保護膜55及び潤滑剤層56を積層した磁気記録媒体50が開示されている。また、この磁気記録媒体の製造では、その実施例にも記載されているように、磁性層の特性の向上のために例えば300℃の温度で10分間にわたって基板を加熱することを必要とする。この磁気記録媒体では、基板からの酸素などがCr下地層へ到達するのを防ぐとともに、Crの(110)面が基板面に平行となるようにCu等の金属層を挿入して、高保磁力を得るのに望ましい結晶成長を実現している。しかし、基板の加熱は、それを行うことで、基板および成膜チャンバーに存在する吸着ガスが放出され、チャンバー内の真空度が低下するという不都合や、このガスは温度やチャンバーの付着膜の状態により放出量やガス種が変わるため、形成した磁性層の特性の不安定要因となるという不都合が引き起こされるので、より安定した特性を得るためにはない方が望ましい。

【0004】もう1つの一般的な方法としては、磁性層を高アルゴン(Ar)ガスの圧力下でスパッタリング(以下、「スパッタ法」ともいう)により成膜する方法がある。この方法によって形成された磁性層はポイド

(空隙)の多い膜組織となり、隣り合う磁性粒子どうしが空間的に、そして磁気的に分離される。この方法を用いて製造した磁気記録媒体の場合、初期の段階では、磁性層の下に形成する下地層をCrから形成するのが一般的であったが、最近では、磁気特性等の向上のため、例えば特開平8-171716号公報に記載されるようにNiP合金を使用する例が多くなってきている。特開平8-171716号公報には、図2にその典型的な層構成を示すように、アルミニウム、ガラス、シリコン、カーボン等の非磁性基板61の上に、NiPのメッキ層62、NiPとドーパントを含む核生成層63、CoPt系合金と結合強度が90Kcal/モルより大きな特定の分離剤化合物(As、B、Ce、Co、Cr等の酸化物又は窒化物)とを含む磁性層64、カーボン(C)等の保護膜65及び潤滑剤層66を積層した磁気記録媒体60が開示されている。この磁気記録媒体では、図3に模式的に示すように、磁性層を構成する磁性粒子70がほぼ均一なサイズであり、かつ分離剤化合物71によって均一に分離されているので、最適な記録特性が得られるという効果がある。また、磁性層を成膜するためのスパッタ法は、例えば、H₂Oの分圧が 5.0×10^{-5} Torr未満でかつArガス圧力が 2.0×10^{-3} Torr未満である真空蒸着システムを使用して実施することがで

きる。しかし、このような高Arガス圧下のスパッタ法を使用して得られる磁気記録媒体は、一般に高々1.6~1.8kOeあるいはその近傍の保磁力を示すに過ぎず、媒体に対する最近の要求に応えるためには、保磁力を少なくとも2.0kOe以上まで高めることが望ましい。また、本発明者らの実験から、特開平8-171716号公報に記載のようにガラス基板等の上にNiとPの化合物(Ni₃P)を直接形成すると、磁性層の基板への密着性が良くないことも判明している。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、上記したような従来の技術の問題点を解消して、特にHDDに有利に使用することのできる、極めて高保磁力であり、かつしたがって高記録密度が可能な磁気記録媒体を提供することにある。また、本発明のもう1つの目的は、このような磁気記録媒体の有利な製造方法を提供することにある。

【0006】本発明の上記した目的及びその他の目的

は、以下の詳細な説明から容易に理解することができるであろう。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、その1つの面において、非磁性の基板と、その基板の上に順次、それぞれスパッタリングによって形成された、Ni系非磁性材料からなる下地層及びCo系磁性合金からなる磁性層とを有する磁気記録媒体において、前記磁性層が磁性合金粒子から構成されかつ、それらの磁性粒子の粒界に、磁性粒子間の磁気的相互作用を低減せしめる作用を有する非磁性金属元素が拡散せしめられていることを特徴とする磁気記録媒体を提供する。

【0008】また、本発明は、そのもう1つの面において、非磁性の基板と、その基板の上に順次、それぞれスパッタリングによって形成された、Ni系非磁性材料からなる下地層及びCo系磁性合金からなる磁性層とを有しかつ、その際、前記磁性層が磁性合金粒子から構成されかつ、それらの磁性粒子の粒界に、磁性粒子間の磁気的相互作用を低減せしめる作用を有する非磁性金属元素が拡散せしめられている磁気記録媒体を製造するに当たって、前記磁性層あるいは前記磁性層に隣接して配置された金属拡散層に前記非磁性金属元素に対応する非磁性金属を含ませ、前記磁性層及び、もしも存在するならば、前記金属拡散層の形成後にアニーリングを行うことにより前記非磁性金属元素を前記磁性粒子の粒界に拡散せしめることを特徴とする磁気記録媒体の製造方法を提供する。

【0009】本発明は、以下の詳細な説明から明らかになるであろうけれども、理解を容易にするため、磁気記録媒体の磁性層近傍の層構成を示す図4を参照してその作用効果を説明する。図4は、本発明による磁気記録媒体の好ましい一例を示す図5の一部層を拡大して示した

ものであり、NiPからなる下地層3の上にCoCrPt (SiO₂) からなる磁性層4が形成されている。磁性層4は、図示されるように、多数個の磁性粒子（一般に、「磁性粒」ともいう）が粒子間に僅かな空隙をあけた状態で密に配置されている。そして、磁性層4の上には、それに直に接触して非磁性金属（ここではCrの単独を使用）からなる金属拡散層5が形成されている。このような層構成において、金属拡散層5の形成後にアニール（ここでは、「ポストアニール」ともいう）を行うと、磁性層4の粒界に、図示のように、金属拡散層5からCrが拡散（いわゆる、粒界拡散）し、Crの偏析が発生する。ここで金属拡散層に使用する非磁性金属は、容易に拡散可能であることの必要性から、例えばCr、Mo、Cなどのような単一元素物質であることが好ましい。また、金属拡散層は、磁性層の直下にあっても、さもなければ、もしも磁性層が多層構造を有しているのならば、それらの中間にあっても、保磁力の向上という所期の効果を奏することができる。さらに、場合によっては、金属拡散層が存在しなくても、その層を構成する非磁性金属が磁性層そのもののなかに含まれているならば、同様な効果を得ることができる。成膜後のアニールは、その温度が高すぎると、非磁性金属の磁性層への拡散が過度に生じ、磁性層が非磁性化してしまうため、600℃未満のアニール温度で実施することが好ましい。磁気記録媒体の磁性層近傍を上記のように構成し、引き続いて特定の温度条件下でポストアニールを行うと、従来のように高Arガス圧力で磁性層をスパッタ形成したままの場合に比較して、磁性粒間の磁気的相互作用を大幅に低減することができ、その結果として、高記録密度媒体で要求されている高保磁力が可能となる。

【0010】

【発明の実施の形態】引き続き、本発明をその好ましい実施の形態について説明する。本発明による磁気記録媒体は、非磁性の基板の上に、Ni系非磁性材料からなる下地層とCo系磁性合金からなる磁性層とを順次設けてなるものであり、以下において説明するように、必要に応じて追加の層を有していてもよい。それぞれの層は、スパッタ法によって形成されたものである。スパッタ成膜は、それらの層の粒子成長を促進するのに十分な圧力の下で実施するのが好ましく、特に、例えばアルゴン（Ar）ガスなどの不活性ガスの存在において、10 mTorr以上の高ガス圧下で実施するのが好ましい。磁性層は、単層構造を有していてもよく、あるいは上層及び下層からなる2層構造を有していてもよい。

【0011】本発明の磁気記録媒体において、その基体として用いられる非磁性の基板は、この技術分野において常用のいろいろな基板材料から構成することができる。しかし、ここで使用する基板は、本発明の磁気記録媒体の製造において高保磁力の達成のために成膜後のア

ニール、すなわち、ポストアニールが必須であるので、その際の高温に耐え得るものでなければならない。適当な基板としては、以下に列挙するものに限定されるわけではないけれども、例えば、表面酸化膜（例えばシリコン酸化膜SiO₂）を有するシリコン基板、SiC基板、カーボン基板、ガラス基板、強化ガラス基板（結晶化ガラス基板などを含む）、セラミック基板などを挙げることができる。特にシリコン基板、カーボン基板、ガラス基板、結晶化ガラス基板などを有利に使用することができ、なかんずくシリコン基板を有利に使用することができる。

【0012】非磁性基板上の下地層は、上記したように、Ni系非磁性材料からなる。適当なNi系非磁性材料は、Niを主成分とするNiP又はNiZr合金である。NiP合金の代表例は、Ni₂P、Ni₃Pなどである。このような下地層には、その上に形成する磁性層の特性、特に保磁力と記録再生特性を向上させる作用がある。下地層として使用できるNi系非磁性材料の具体例としては、上記したもの以外に、例えば、Ni₅P₂、Ni₆₇Zr₃₃などもある。

【0013】上記したような下地層は、好ましくは、例えばマグネトロンスパッタ法などのスパッタ法により、常用の成膜条件により形成することができる。特に、保磁力を高めるため、DC負バイアスの印加下にスパッタ法を実施するのが好ましい。適当な成膜条件として、例えば、約100～300℃の成膜温度、約10 mTorr以上の高められたArガス圧力、そして約100～300 VのDC負バイアスを挙げることができる。

【0014】かかる下地層の膜厚は、一般的に、10～100 nmの範囲であるのが望ましい。下地層の膜厚が10 nmよりも小さいと、磁性層の微細構造の制御が難しくなると、保磁力が低下し、記録再生特性が劣化するようになる。また、膜厚が100 nm以上となると、磁性層表面の凹凸が激しくなり、最近の磁気ヘッドの低浮上化に鑑みて望ましくない。下地層のより好ましい膜厚は、50～100 nmの範囲である。

【0015】本発明の磁気記録媒体において、非磁性の下地層の上に形成されるべき磁性層は、それがCo系磁性合金の粒子からなるという条件を満たす限りにおいて、いろいろな層構成や組成を有することができる。例えば、磁性層は、単層構造を有していてもよく、さもなければ、2層構造あるいはそれ以上の多層構造を有していてもよい。また、多層構造の場合、それぞれの磁性層は、同一のCo系磁性合金の粒子から構成されていてもよく、さもなければ、異なるCo系磁性合金の粒子から構成されていてもよい。

【0016】本発明の実施において磁性層の形成に有利に使用することのできるCo系磁性合金は、この技術分野において磁性層の形成に常用のCo系磁性合金を包含する。そのなかでも有利に使用することのできるCo系

磁性合金は、例えば、Coを主成分とするCoPt又はCoCrPt合金に、非磁性酸化物であるSiO₂を添加した合金である。本願明細書では、これらの合金をそれぞれCoPt(SiO₂)合金又はCoCrPt(SiO₂)合金などのように記載する。すなわち、本発明で使用するCo系磁性合金のあるものは、主成分としてのCoの他に、PtとSiO₂を含み、そして任意にCrを含む。Crを含まないCoPt(SiO₂)合金の場合には、Ptを6~45at%、そしてSiO₂を0mol%より多くかつ6mol%未満含み、残部はCoと不可避的不純物である。

【0017】上記のようなCo系磁性合金中に含まれるPtは、磁性層の異方性磁界(H_k)を高め、保磁力を増加させる作用がある。この作用は、Pt含有量が6at%以上でより顕著となる。一方、Pt含有量が更に多くなると保磁力は4kOe(318kA/m)を超えて、現状の磁気ヘッドでは磁気記録ができなくなる。文献によると、CoへのPt添加量が約20at%で保磁力は最大となる(Masahiro Kitada and Noboru Shimizu, J. Appl. Phys., Vol.54, No.12, p7089(1993)を参照されたい)。実用的な保磁力としてその最大の保磁力の1/10を目安とすると、6~45at%のPtの添加が有効である。従って、本発明において上記のようなCo系磁性合金を使用した場合のPt添加量の上限は45at%となる。また、さらに好ましいPt添加量は、6at%より大きく12at%以下である。

【0018】合金に対して添加されるSiO₂は、磁性層の粒界に析出すると考えられており(A. Murayama et al., Appl. Phys. Lett. Vol.65, 1186 (1994)を参照されたい)、従って、少量の添加で保磁力を大幅に向上させる働きをする。また、透過型電子顕微鏡(TEM)観察によれば、SiO₂の添加により磁性層の結晶粒径が減少しており、そのため媒体ノイズの低減を図ることができる。しかし、SiO₂を過度に添加すると異方性磁界(H_k)の減少を招き、保磁力も減少する。このような状況を考慮して、SiO₂の添加量は、0mol%より多くかつ6mol%未満とするのが望ましい。さらに好ましいSiO₂の添加量は、3mol%より大きく6mol%未満である。

【0019】Crを含むCoCrPt(SiO₂)合金は、Cr以外の成分についての上述の含有量の範囲内において、Crを0at%より多くかつ28at%以下含むことができる。Crには、磁性層の保磁力を向上させる作用があるが、Crは非磁性材料なので、過度に添加すると合金が非磁性化する。したがって、Cr量は28at%以下が望ましい。

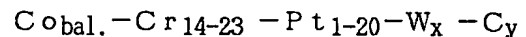
【0020】ここで補足して説明しておく、上記したようなCo系磁性合金の組成を表すのに、元素としての成分Co、Cr、Ptに対しては原子百分率(at%)を用い、化合物である成分SiO₂に対してはモル百分率

(mol%)を用いているが、各成分の含有量の合計(Co、Pt及びSiO₂含有量の合計、又はCo、Cr、Pt及びSiO₂含有量の合計)は100%を構成する。

【0021】また、磁性層の磁性粒子の結晶粒径が減少すればするほど、媒体ノイズは低減できると考えられており、そのようにすることによって磁気記録媒体の低ノイズ化が可能である。すでに説明したように、本発明においてはSiO₂の添加により磁性層の結晶粒径を低下させることができる。なお、磁性層の好ましい平均結晶粒径は5~15nmである。また、このような磁性層の膜厚は、一般には5~50nmの範囲が適当であり、より好ましくは10~30nmの範囲である。

【0022】本発明の磁性層は、上記したCoPt(SiO₂)合金あるいはCoCrPt(SiO₂)合金に代えて、その他のCo系磁性合金からも有利に構成することもできる。別の有利に使用することのできるCo系磁性合金は、例えば、Coを主成分とするCoPt又はCoCrPt合金に、さらにタングステン(W)、カーボン(C)、タンタル(Ta)、ニオブ(Nb)などを単独あるいは組み合わせて添加した合金である。

【0023】上記したCo系磁性合金は、例えば、Coを主成分として含有し、14~23at%のCr及び1~20at%のPtを含み、さらにW及びCを組み合わせて有する五元系合金である。このような合金は、さらに具体的に説明すると、次式により表すことができる。



(上式中、bal.はバランス量を意味し、そしてx+yは1~7at%である)。

【0024】本発明による磁気記録媒体では、磁性層をCoCrPt合金から構成し、これにW及びCの両方を添加し、さらに層構成や成膜プロセスを最適化することにより、ノイズの大幅な低減を図ることができ、したがって、高いS/N比が得られ、よって、高密度記録媒体を具現することができる。上記したような注目すべき効果は、磁性層の形成のためにCoCrPt合金に対して添加されたW及びCは、WC及びW₂Cなる安定な化合物を形成することができることに由来する。これらの化合物は、Coへの固溶限界が極めて小さいため、結晶粒界に析出するものと考えられる。

【0025】ここで、WC及びW₂Cは強磁性材料ではないので、結晶粒界に析出した場合に、各磁性粒子の磁気的な結合を切断し、ノイズを低減させる。しかしながら、過剰なCの添加は、磁性層の粒子径を微細化し、保磁力H_cの低下を招く傾向にある。したがって、W:Cにおけるカーボン比は2より小さいことが必要である。一方、上述のように、Cが1に対して、平均で、1.5のWがカーボンと結合可能である。残りのタングstenは、磁性粒子のCoリッチな領域に進入し、粒子の微細化をもたらす、媒体の低ノイズ化に寄与する。W:Cに

において、タングステン比が5よりも大であると、組織の微細化が進行し、保磁力 H_c が低下するため、媒体ノイズの増大や高密度記録領域における信号出力の低下が生じる。また、過剰なWの添加を行うと、ターゲットが硬化するので、その加工が困難となる。このような観点から、CoCrPtWC五元系合金において、W及びCの添加量の比は、5:1~2:1の範囲であることが好ましい。また、かかる五元系合金において、W及びCの添加量の比が4:1でありかつ合計量が1~7at%であることが特に好ましい。

【0026】上記したCo系磁性合金のさらに別の例は、Coを主成分として含有し、13~21at%のCr及び1~20at%のPtを含み、さらにTa及びNbを組み合わせて有する五元系合金である。このような合金は、さらに具体的に説明すると、次式により表すことができる。

Co_{bal.}-Cr₁₃₋₂₁-Pt₁₋₂₀-Ta_x-Nb_y
(上式中、bal.はバランス量を意味し、そしてx+yは1~7at%である)。

【0027】本発明の磁気記録媒体において、その磁性層は、単層構造及び2層構造にかかわらず、30~180G μ mのtBr(磁性層の膜厚tと残留磁化密度Brの積)を有していることが好ましい。特に、単層構造の磁性層は、50~180G μ mのtBrを有していることが好ましく、また、2層構造の磁性層は、30~160G μ mのtBrを有していることが好ましい。本発明の磁気記録膜は、従来の磁気記録膜に比較して薄く構成したことにより、特にMRヘッドをはじめとした磁気抵抗効果型ヘッド用として最適である。

【0028】非磁性基板上に上記したような下地層を介して設けられる磁性層は、上記したようにスパッタ法により形成されるものであり、その際、例えばArガスのような不活性ガスの存在下、その磁性層の粒状成長を促進するのに十分なガス圧力の下でスパッタ法を実施することが好ましい。特に、保磁力を高めるため、DC負バイアスの印加下にスパッタ法を実施するのが好ましい。スパッタ法としては、上記した下地層の成膜と同様、例えばマグネトロンスパッタ法などを使用することができる。適当な成膜条件として、例えば、約100~350℃の成膜温度、好ましくは約100~320℃の温度、特に好ましくは250℃前後の温度、10mTorr以上の高められたArガス圧力、そして約80~400VのDC負バイアスを上げることができる。ここで、約350℃を上回る成膜温度は、本来非磁性であるべき基板において磁性を発現する可能性があるため、その使用を避けることが望ましい。

【0029】本発明の磁気記録媒体の磁性層は、上記したように、Co系磁性合金粒子から構成されかつ、それらの磁性粒子の粒界に、磁性粒子間の磁氣的相互作用を低減せしめる作用を有する非磁性金属元素が拡散により

偏析せしめられていることを特徴とする。非磁性金属元素としては、その拡散を容易に起こさせる必要があることから、単一元素物質、例えばCr、Mo、Cなどが好ましく、換言すると、拡散係数の小さくない化合物ではないほうが好ましい。

【0030】本発明に従うと、非磁性金属元素の磁性粒子間への拡散はいろいろな技法に従って行うことができる。ひとつの好ましい方法は、拡散されるべき非磁性金属元素を磁性層中に予め含まれる非磁性金属に依存し、磁性層の形成後にアニーリングを行うことにより非磁性金属を磁性粒子の粒界に拡散せしめる方法である。この方法の場合、上記したような、すでにCrを含有するCo系磁性合金から形成された磁性層を有利に使用することができる。なお、この場合のアニーリングは、通常、600℃未満、好ましくは100~500℃、さらに好ましくは300℃前後の温度で実施することができる。

【0031】もう1つの好ましい方法は、磁性層に隣接して、上記したような非磁性金属からなる金属拡散層を配置して、その層から非磁性金属を拡散により放出せしめ、磁性粒子の粒界に拡散せしめる方法である。金属拡散層は、磁性層の直上に配置してもよく、あるいは磁性層の直下に配置してもよく、さもなければ、もしも磁性層が2層構造等の多層構造で使用されるのなら、それらの磁性層の間に配置してもよい。いずれの場合にも、磁性層と金属拡散層の両方の成膜後にアニーリングを行うことが必要である。なお、この場合のアニーリングは、通常、600℃未満、好ましくは約100~500℃、さらに好ましくは400℃前後の温度で実施することができる。

【0032】また、本発明の磁気記録媒体は、必要に応じて、その最上層として、そして、通常、上記した磁性層の上方に、この技術分野において屢々採用されているように、保護膜をさらに有していてもよい。適当な保護膜としては、例えば、カーボン(C)の単独もしくはその化合物からなる層、例えばC層、WC層、SiC層、B₄C層、水素含有C層など、あるいは特に高い硬度を有するという点で最近注目されているダイヤモンドライクカーボン(DLC)の層を挙げることができる。特に、本発明の実施に当たっては、カーボンあるいはDLCからなる保護膜を有利に使用することができる。このような保護膜は、常法に従って、例えば、スパッタ法、蒸着法などによって形成することができる。かかる保護膜の膜厚は、種々のファクタに応じて広い範囲で変更することができるというものの、好ましくは、約5~15nmである。

【0033】さらに、本発明の磁気記録媒体は、好ましくは、その非磁性基板とその上方の下地層との中間に、基板と下地層の密着を改善するための密着層をさらに有している。適当な密着層は、例えば、クロムあるいはチタンを主成分とする金属材料からなる薄膜、好ましくは

Cr薄膜又はTi薄膜、さらに好ましくはCr薄膜である。

【0034】例えば、本発明で密着層として有利に使用することのできるCr薄膜は、下地層及び磁性層の基板への密着性の点で必要なだけでなく、磁性層の磁気特性や記録再生特性にも影響を及ぼす。磁性層の磁気特性や記録再生特性は、磁性層の結晶粒径や結晶粒間の分離度等の微細構造に依存する。また、磁性層の結晶成長は下地層の膜組織により変化する。従って、磁気特性や記録再生特性に優れた磁性層を形成するためには、下地層の膜組織を良好にしなければならない。そのためには、成膜装置のベースプレッシャ（成膜装置内の到達真空度に相当する）を低くし、かつ成膜雰囲気（一般にはAr等の不活性ガス雰囲気）の圧力を高くして、基板上に密着層としてのCr薄膜を形成することが有効である。こうすることにより、Cr薄膜は凹凸の強調された膜となり、その上に形成される下地層にも凹凸が導入され、磁性粒間の分離度の高まった膜が形成される。その結果、磁性粒間の磁氣的相互作用が低減して、磁気記録媒体の保磁力を高め、媒体ノイズを低減することが可能になる。

【0035】さらに、Cr密着層の形成後、成膜装置の大気解放や酸素プラズマエッチングによりCr表面を酸化して酸化クロムとすることで、Cr密着層と下地層の間の結晶学的な関係を分断し、下地層の均一な粒成長を促進でき、それにより磁気記録媒体の記録再生特性をさらに向上させることもできる。この効果は、実際、アルミニウム基板上に直接下地層を形成した場合に得られるものと同様な効果であると考えられる。

【0036】本発明の実施において、高密度記録に適した磁気記録媒体を得るために下地層が好都合に結晶成長するためには、そしてまた、基板と下地層の良好な密着を保証するためには、Cr密着層やその他の密着層の膜厚は、通常、10～40nmの範囲であることが好ましい。密着層の膜厚が10nmより小さいと、結果として得られた磁性層の磁性粒間の分離度が低減して、保磁力が低下し記録再生特性が劣化する。また、膜厚が40nmよりも大きくなると、下地層の凹凸が激しくなり、磁性層に異常成長が生じて記録再生特性が劣化する。

【0037】本発明の磁気記録媒体は、上記したような必須の層及び任意に使用可能な層に加えて、この技術分野において常用の追加の層を有していたり、さもなければ、含まれる層に任意の化学処理等が施されていてもよい。例えば、上記した保護膜の上に、フルオロカーボン樹脂系の潤滑剤層が形成されていたり、さもなければ、同様な処理が施されていてもよい。

【0038】本発明の磁気記録媒体は、以上に詳細に説明したことからも理解されるように、磁性層中あるいは磁性層に隣接して配置された金属拡散層中に非磁性金属元素に対応する非磁性金属を含ませ、その磁性層の形成

後かもしくは磁性層と金属拡散層の形成後にアニーリングを行うことにより非磁性金属元素を磁性粒子の粒界に拡散せしめることを含む方法によって製造することができる。アニール温度は、先にも説明したように、好ましくは、600℃未満であり、非磁性金属元素の拡散形態などによって広く変更することができる。

【0039】また、本発明の磁気記録媒体の各層は、これも先に説明したように、好ましくは、Ar等の不活性ガスの高圧の適用下に、それぞれの層の組成に対応したターゲットから、スパッタ法によって形成することができる。なお、スパッタ法自体は周知の技法であるので、ここでの詳細な説明を省略する。しかしながら、本発明の磁気記録媒体の製造においては、各層を形成する際の圧力を、それらの層の粒状成長を促進するのに十分な圧力とすることが重要である。先に説明したように、磁性層の磁気特性や記録再生特性の向上のためには、磁性層の結晶を粒状に成長させて孤立化するのが有利であり、そのためには下地層の結晶をやはり粒状に成長させて形成しておくことが有利である。下地層を粒状成長させるために、従来は、例えば前述の特開平6-96431号公報に記載されているように、基板の加熱を行っていたが、基板加熱には先に説明したような弊害がある。本発明ではそれを避けるために、スパッタリングによる通常の成膜プロセスで採用されている数mTorrの成膜雰囲気圧力に代えて、少なくとも10mTorr（1.3Pa）もしくはそれ以上の高い圧力、さらに好ましくは例えば20～50mTorr（2.7～6.7Pa）程度の高い圧力を採用する。このように通常より高い圧力とすることにより、成膜雰囲気中の不活性ガスの濃度が高くなり、スパッタリングにより飛来する粒子が不活性ガスにより散乱されやすくなって、基板上に粒状の結晶を成長しやすくなる。同様に、Ni系下地層を粒状成長させるには、その下にCr密着層を配置するとともに、そのCr密着層を粒状成長させておくことが有利であり、従ってCr密着層の形成時にも結晶の粒状成長を促進する圧力、例えば20～50mTorrとすることが重要である。

【0040】粒状成長に有効な圧力は、成長させる結晶に依存するだけでなく、使用する成膜装置によっても変動する。そのため、成膜時の圧力は、これらの条件を考慮して決定すべきである。とは言え、粒子の散乱を増加させることで粒状成長を促進するというここでの目的のためには、通常の成膜プロセスにおける数mTorrの成膜雰囲気圧力よりも有意に高い圧力、すなわち、前記した少なくとも10mTorrの圧力を使用するのが有利である。

【0041】本発明による磁気記録媒体とその構成は、以上の説明から容易に理解することができるであろう。さらに具体的に説明すると、本発明の磁気記録媒体の典型的な構成例は、図5～図7に模式断面図で示す通りで

ある。図5は、磁性層の直上に金属拡散層としてCr拡散層を設けた例である。図示の磁気記録媒体10において、基板1としてはSiO₂膜を有するシリコン基板が使用されており、その基板1の上に順次、いずれも10mTorr以上の高Arガス下でスパッタ成膜されたものであるが、膜厚20μmのCr密着層2、膜厚100nmのNiP下地層3、膜厚20nmのCoCrPt(SiO₂)磁性層4、膜厚100nmのCr拡散層5、そして膜厚8nmのカーボン保護膜6、が設けられている。さらに、カーボン保護膜6の上には、図示しないが、フロ

10

ロカーボン樹脂系の潤滑剤層が施されている。
【0042】図6は、磁性層の直下に金属拡散層としてCr拡散層を設けた例である。図示の磁気記録媒体10において、基板1としてはSiO₂膜を有するシリコン基板が使用されており、その基板1の上に順次、いずれも10mTorr以上の高Arガス下でスパッタ成膜されたものであるが、膜厚20μmのCr密着層2、膜厚100nmのNiP下地層3、膜厚20nmのCr拡散層5、膜厚20nmのCoCrPt(SiO₂)磁性層4、そして膜厚8nmのカーボン保護膜6、が設けられている。さらに、カーボン保護膜6の上には、図示しないが、フロ

20

ロカーボン樹脂系の潤滑剤層が施されている。
【0043】図7は、磁性層を上下に分断された2層構造とし、それらの磁性層の中間に、金属拡散層としてCr拡散層を設けた例である。図示の磁気記録媒体10において、基板1としてはSiO₂膜を有するシリコン基板が使用されており、その基板1の上に順次、いずれも10mTorr以上の高Arガス下でスパッタ成膜されたものであるが、膜厚20μmのCr密着層2、膜厚100nmのNiP下地層3、膜厚10nmの下方のCoCrPt(SiO₂)磁性層4-1、膜厚20nmのCr拡散層5、膜厚10nmの上方のCoCrPt(SiO₂)磁性層4-2、そして膜厚8nmのカーボン保護膜6、が設けられている。さらに、カーボン保護膜6の上には、図示しないが、フロ

30

ロカーボン樹脂系の潤滑剤層が施されている。
【0044】さらにまた、本発明は、そのもう1つの面において、本発明の磁気記録媒体を使用した磁気ディスク装置にある。本発明の磁気ディスク装置において、その構造は特に限定されないというものの、基本的に、磁気記録媒体において情報の記録を行うための記録ヘッド部及び情報の再生を行うための再生ヘッド部を備えている装置を包含する。特に、再生ヘッド部は、磁界の強さに応じて電気抵抗が変化する磁気抵抗素子を使用した磁気抵抗効果型ヘッド、すなわち、MRヘッドを備えていることが好ましい。

【0045】本発明の磁気ディスク装置において、好ましくは、磁気抵抗効果素子及び該磁気抵抗効果素子にセンス電流を供給する導体層を有し、磁気記録媒体からの

50

情報の読み出しを行う磁気抵抗効果型の再生ヘッド部と、薄膜で形成された一対の磁極を有し、磁気記録媒体への情報の記録を行う誘導型の記録ヘッド部とが積層されてなる複合型の磁気ヘッドを使用することができる。磁気抵抗効果型の再生ヘッドは、この技術分野において公知のいろいろな構造を有することができ、そして、好ましくは、異方性磁気抵抗効果を利用したAMRヘッド又は巨大磁気抵抗効果を利用したGMRヘッド(スピンバルブGMRヘッド等を含む)を包含する。特に上記したような構成の磁気ディスク装置を使用すると、従来の複合型の磁気ヘッドに比較して、記録ヘッド部の磁極の湾曲を小さくするとともに導体層の抵抗を下げ、オフトラックが小さい範囲であれば、精確にかつ高感度で情報を読み出すことができる。

【0046】

【実施例】次いで、本発明の磁気記録媒体及びその製造方法を下記の実施例によりさらに詳細に説明する。

実施例1

外径65mm、内径20mm及び厚さ0.635mmのSiO₂膜付きシリコン基板を使用して本発明の磁気記録媒体を製造した。

【0047】DC/RFマグネトロンスパッタ装置(アネルバ社製SPF-430)を用意し、チャンバ内を 1×10^{-6} Torrに排気した後、Arガスを導入して放電時のガス圧を50mTorrに保持した。最初に、投入電力300W(DCマグネトロン)、成膜速度1.7nm/秒の条件で膜厚20nmのCr密着層を成膜した。次いで、チャンバ内を一旦大気に解放した後、 3×10^{-7} Torrに排気し、さらにArガスを導入し、放電時のガス圧を30mTorrに保持して、投入電力300W(DCマグネトロン)、成膜速度1.11nm/秒の条件で膜厚100nmのNi₃P下地層を成膜した。引き続き、同じガス圧で、投入電力150W(RFマグネトロン)、成膜速度0.54nm/秒の条件で膜厚20nmの(Co-7Cr-20Pt)90-(SiO₂)₁₀磁性層を成膜した。チャンバ内を再び大気に解放した後、Arガスを導入して放電時のガス圧を50mTorrに保持して、投入電力300W(DCマグネトロン)、成膜速度1.7nm/秒の条件で膜厚100nmのCr拡散層を成膜し、引き続いて、真空を維持したまま、添付の図8に示すように異なるアニール温度で加熱した。最後に、チャンバ内を 1.0×10^{-6} Torrに排気後、Arガスを導入し、放電時のガス圧を50mTorrに保持して、投入電力400W(DCマグネトロン)、成膜速度0.24nm/秒の条件で膜厚8nmのカーボン保護膜を成膜した。図5に示したような層構成を有する磁気記録媒体が得られた。

【0048】上記のようにして製造した磁気記録媒体の保磁力のアニール温度依存性を評価するため、異なるアニール温度を適用して製造された磁気記録媒体のそれぞ

れについて保磁力 H_c を測定したところ、添付の図8に曲線Iでプロットするような結果が得られた。図示の結果から理解することができるように、保磁力は、400℃の温度まではアニール温度の上昇につれて単調に増加するけれども、600℃まで温度を上昇させると、Cr拡散層からのCr拡散が過度に生じる結果、非磁性化してしまう。したがって、アニール温度は600℃未満であることが必要であり、満足し得る保磁力は約100～500℃のアニール温度の時に得ることができ、400℃前後の温度の時に最も高い保磁力を得ることができる。

実施例2

前記実施例1に記載の手法を繰り返したが、本例では、磁気記録媒体からCr拡散層を省略した。磁性層の直上にCr拡散層を有しない相違点を除いて、図5に示したような層構成を有する磁気記録媒体が得られた。

【0049】製造した磁気記録媒体の保磁力のアニール温度依存性を評価するため、異なるアニール温度を適用して製造された磁気記録媒体のそれぞれについて保磁力 H_c を測定したところ、添付の図8に曲線IIでプロットするような結果が得られた。図示の結果から理解することができるように、保磁力は、300℃の温度まではアニール温度の上昇につれて単調に増加するけれども、それよりも高温になると急激な低下を示し、600℃まで温度を上昇させると、磁性層自体からのCr拡散が過度に生じる結果、非磁性化してしまう。したがって、アニール温度は600℃未満であることが必要であり、満足し得る保磁力は約100～500℃のアニール温度の時に得ることができ、300℃前後の温度の時に最も高い保磁力を得ることができる。なお、本例の場合にアニール温度が300℃を過ぎたあたりから保磁力が低下しはじめ、400℃近傍からは急激な保磁力の低下が発生したのは、磁性粒形状の変化を伴った拡散が始まり、磁性粒どうしが合体し始めて、磁性粒間の磁氣的相互作用が逆に増加してしまったことに原因があると、考察される。

実施例3

外径65mm、内径20mm及び厚さ0.635mmのSiO₂膜付きシリコン基板を使用して本発明の磁気記録媒体を製造した。

【0050】DC/RFマグネトロンスパッタ装置（アネルバ社製SPF-430）を用意し、チャンバ内を 1×10^{-6} Torrに排気した後、Arガスを導入して放電時のガス圧を50mTorrに保持した。最初に、投入電力300W（DCマグネトロン）、成膜速度1.7nm/秒の条件で膜厚20nmのCr密着層を成膜した。次いで、チャンバ内を一旦大気に解放した後、 3×10^{-7} Torrに排気し、さらにArガスを導入し、放電時のガス圧を30mTorrに保持して、投入電力300W（DCマグネトロン）、成膜速度1.11nm/秒の条件

で膜厚100nmのNi₃P下地層を成膜した。次いで、再びArガスを導入して放電時のガス圧を50mTorrに保持して、投入電力300W（DCマグネトロン）、成膜速度1.7nm/秒の条件で膜厚20nmのCr拡散層を成膜した。さらに続けて、放電時のガス圧を30mTorrに保持して、投入電力150W（RFマグネトロン）、成膜速度0.54nm/秒の条件で膜厚20nmの（Co-7Cr-20Pt）90-（SiO₂）10磁性層を成膜し、そして、真空を維持したまま、異なるアニール温度で加熱した。最後に、チャンバ内を 1.0×10^{-6} Torrに排気後、Arガスを導入し、放電時のガス圧を50mTorrに保持して、投入電力400W（DCマグネトロン）、成膜速度0.24nm/秒の条件で膜厚8nmのカーボン保護膜を成膜した。図6に示したような層構成を有する磁気記録媒体が得られた。製造した磁気記録媒体の保磁力のアニール温度依存性を評価するため、異なるアニール温度を適用して製造された磁気記録媒体のそれぞれについて保磁力 H_c を測定したところ、添付の図8に曲線Iでプロットしたものに比較可能な結果が得られた。

実施例4

外径65mm、内径20mm及び厚さ0.635mmのSiO₂膜付きシリコン基板を使用して本発明の磁気記録媒体を製造した。

【0051】DC/RFマグネトロンスパッタ装置（アネルバ社製SPF-430）を用意し、チャンバ内を 1×10^{-6} Torrに排気した後、Arガスを導入して放電時のガス圧を50mTorrに保持した。最初に、投入電力300W（DCマグネトロン）、成膜速度1.7nm/秒の条件で膜厚20nmのCr密着層を成膜した。次いで、チャンバ内を一旦大気に解放した後、 3×10^{-7} Torrに排気し、さらにArガスを導入し、放電時のガス圧を30mTorrに保持して、投入電力300W（DCマグネトロン）、成膜速度1.11nm/秒の条件で膜厚100nmのNi₃P下地層を成膜した。次いで、放電時のガス圧を30mTorrに保持して、投入電力150W（RFマグネトロン）、成膜速度0.54nm/秒の条件で膜厚10nmの（Co-7Cr-20Pt）90-（SiO₂）10磁性層を成膜した。引き続いて、再びArガスを導入して放電時のガス圧を50mTorrに保持して、投入電力300W（DCマグネトロン）、成膜速度1.7nm/秒の条件で膜厚20nmのCr拡散層を成膜した。さらに続けて、放電時のガス圧を30mTorrに保持して、投入電力150W（RFマグネトロン）、成膜速度0.54nm/秒の条件で膜厚10nmの（Co-7Cr-20Pt）90-（SiO₂）10磁性層を成膜し、そして、真空を維持したまま、異なるアニール温度で加熱した。最後に、チャンバ内を 1.0×10^{-6} Torrに排気後、Arガスを導入し、放電時のガス圧を50mTorrに保持して、投入電力400W（D

Cマグネトロン)、成膜速度0.24nm/秒の条件で膜厚8nmのカーボン保護膜を成膜した。図7に示したような層構成を有する磁気記録媒体が得られた。製造した磁気記録媒体の保磁力のアニール温度依存性を評価するため、異なるアニール温度を適用して製造された磁気記録媒体のそれぞれについて保磁力H_cを測定したところ、添付の図8に曲線Iでプロットしたものに比較可能な結果が得られた。

【0052】

【発明の効果】以上に説明したように、本発明によれば、特にHDDに有利に使用することのできる、極めて高保磁力であり、かつしたがって高記録密度が可能な磁気記録媒体を提供することができる。

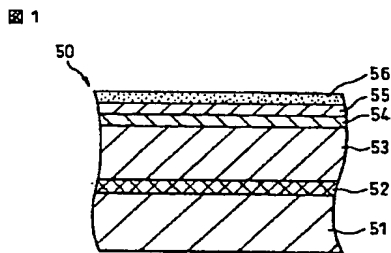
【図面の簡単な説明】

【図1】従来の磁気記録媒体の一例を示す断面図である。

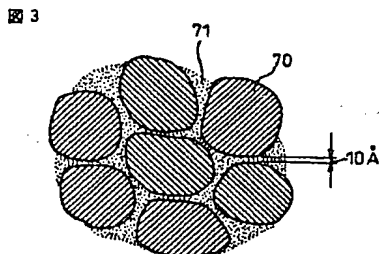
【図2】従来の磁気記録媒体のもう1つの例を示す断面図である。

【図3】図2に示した磁気記録媒体の磁性層における磁

【図1】



【図3】



性粒子のマイクロ構造を示す模式断面図である。

【図4】本発明による磁気記録媒体における磁性層近傍における挙動を説明した模式断面図である。

【図5】本発明による磁気記録媒体の好ましい一例を示す断面図である。

【図6】本発明による磁気記録媒体のもう1つの好ましい例を示す断面図である。

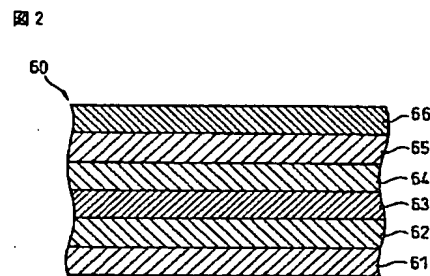
【図7】本発明による磁気記録媒体のさらにもう1つの好ましい例を示す断面図である。

【図8】本発明による磁気記録媒体における保磁力のアニール温度依存性を示すグラフである。

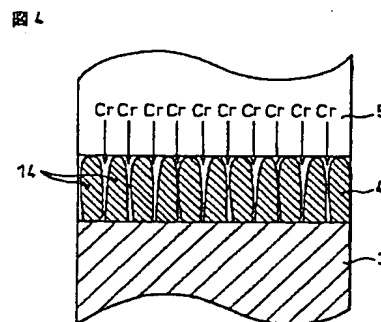
【符号の説明】

- 1…非磁性の基板
- 2…Cr密着層
- 3…Ni系下地層
- 4…Co系磁性層
- 5…金属拡散層
- 6…保護膜
- 10…磁気記録媒体

【図2】

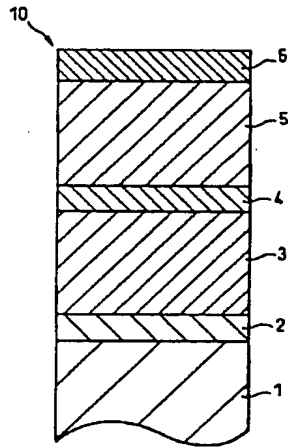


【図4】



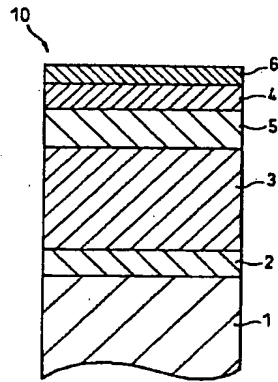
【図5】

図5



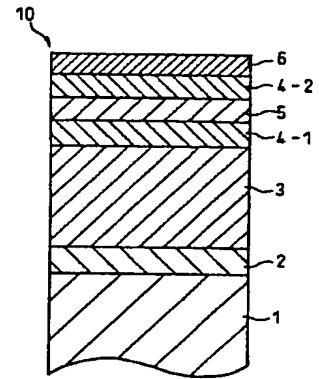
【図6】

図6



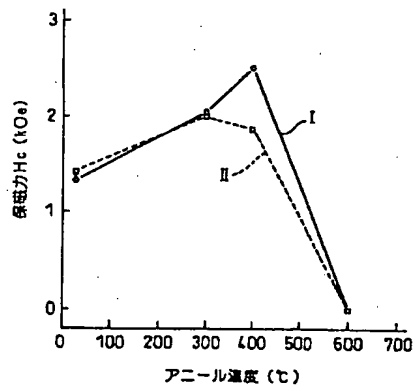
【図7】

図7



【図8】

図8



フロントページの続き

Fターム(参考) 4K029 AA04 AA06 AA09 BA06 BA07
BA11 BA12 BA24 BA25 BA34
BB02 BC06 BD11 CA05 EA03
EA08 GA01
5D006 BB01 BB06 BB07 BB08 CA01
CB04 DA03 EA03 FA09
5D112 AA02 AA03 AA05 AA11 AA24
BA02 BA03 BB05 BB10 BD03
BD06 FA04 GB02
5E049 AA04 AA09 BA06 CB01 DB02
DB04 EB06 GC01